

日 本 国 特 許 庁
JAPAN PATENT OFFICE

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office

出 願 年 月 日
Date of Application:

2000年 9月26日

出 願 番 号
Application Number:

特願2000-292759

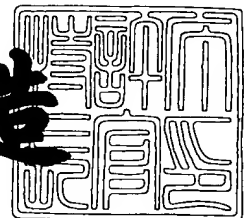
出 願 人
Applicant(s):

株式会社島津製作所
三菱電機株式会社

2001年 7月 4日

特 許 庁 長 官
Commissioner,
Japan Patent Office

及 川 耕 造



出証番号 出証特2001-3062626

【書類名】 特許願
【整理番号】 K1000275
【あて先】 特許庁長官殿
【国際特許分類】 H01L 21/31

【発明者】

【住所又は居所】 京都府京都市中京区西ノ京桑原町1番地 株式会社島津製作所内

【氏名】 吉岡 尚規

【発明者】

【住所又は居所】 京都府京都市中京区西ノ京桑原町1番地 株式会社島津製作所内

【氏名】 川本 達司

【発明者】

【住所又は居所】 京都府京都市中京区西ノ京桑原町1番地 株式会社島津製作所内

【氏名】 川尾 満志

【発明者】

【住所又は居所】 東京都千代田区丸の内二丁目2番3号 三菱電機株式会社内

【氏名】 松野 繁

【発明者】

【住所又は居所】 東京都千代田区丸の内二丁目2番3号 三菱電機株式会社内

【氏名】 山田 朗

【発明者】

【住所又は居所】 東京都千代田区丸の内二丁目2番3号 三菱電機株式会社内

【氏名】 宮下 章二

【発明者】

【住所又は居所】 東京都千代田区丸の内二丁目2番3号 三菱電機株式会社
社内

【氏名】 内川 英興

【特許出願人】

【識別番号】 000001993

【氏名又は名称】 株式会社島津製作所

【特許出願人】

【識別番号】 000006013

【氏名又は名称】 三菱電機株式会社

【代理人】

【識別番号】 100084412

【弁理士】

【氏名又は名称】 永井 冬紀

【手数料の表示】

【予納台帳番号】 004732

【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

【物件名】 明細書 1

【物件名】 図面 1

【物件名】 要約書 1

【ブルーフの要否】 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 気化器および気化器の気化性能評価方法

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 高温に保持された気化チャンバ内へ液体有機金属若しくは有機金属溶液から成る液体材料を噴霧し、噴霧された前記液体材料を気化して C V D 成膜装置に供給する気化器において、

前記気化チャンバ内に、前記気化チャンバの温度とは独立に温度制御可能な気化面を備えたことを特徴とする気化器。

【請求項 2】 高温に保持された気化チャンバ内へ複数の液体有機金属若しくは有機金属溶液から成る液体材料を噴霧し、噴霧された前記液体材料を気化して C V D 成膜装置に供給する気化器において、

液体材料を前記気化チャンバ内へ噴霧する複数の噴霧部と、

前記複数の噴霧部に対向するように各々設けられ、それぞれ独立に温度制御可能な気化面とを備えたことを特徴とする気化器。

【請求項 3】 請求項 1 または請求項 2 に記載の気化器において、

前記気化チャンバには、水平方向に延在して内壁の一部を前記気化面とする円筒空洞が形成され、前記円筒空洞に対して前記液体材料を鉛直下方向に噴霧するようにしたことを特徴とする気化器。

【請求項 4】 請求項 1 ～請求項 3 のいずれかに記載の気化器において、

前記気化チャンバの内壁および前記気化面を、前記 C V D 成膜装置で成膜される膜と同一の膜でコーティングしたことを特徴とする気化器。

【請求項 5】 高温に保持された気化チャンバ内に液体有機金属若しくは有機金属溶液から成る液体材料を噴霧して気化する気化器の気化性能評価方法であって、

所定量の前記液体材料を前記気化チャンバ内に噴霧して気化させた後に、前記気化チャンバ内の未気化付着物を有機溶剤で除去し、その除去に用いた前記有機溶剤中の前記液体材料の含有量を計測し、計測された含有量に基づいて気化性能を評価することを特徴とする気化性能評価方法。

【発明の詳細な説明】

【 0 0 0 1 】

【発明の属する技術分野】

本発明は、CVD成膜に用いられ、液体有機金属や有機金属溶液等の液体材料を気化する気化器および気化性能評価方法に関する。

【 0 0 0 2 】

【従来の技術】

半導体デバイス製造工程における薄膜形成方法の一つとしてMOCVD (Metal Organic Chemical Vapor Deposition) 法があるが、スパッタ等に比べて膜質、成膜速度、ステップカバレッジなどが優れていることから近年盛んに利用されている。MOCVD装置に用いられているCVDガス供給法としてはバブリング法や昇華法などがあるが、液体有機金属若しくは有機金属を有機溶剤に溶かした液体材料をCVDリアクタ直前で気化して供給する方法が、制御性および安定性の面でより優れた方法として注目されている。この気化方法では、高温に保たれた気化チャンバ内にノズルから液体材料を噴霧して、液体材料を気化させている。

【 0 0 0 3 】

【発明が解決しようとする課題】

しかしながら、気化の際に液体材料に十分な熱エネルギーを与えることができないと、未気化残渣が発生して配管に詰まりが発生したり、残渣がパーティクルとなってCVDリアクタまで達して成膜不良の原因となるおそれがあった。さらに、複数の成分を混合してから気化する場合、成分によって気化温度や熱分解温度特性が異なり、一部の成分が未気化または熱分解することによる残渣が発生しやすかった。また、未気化残渣の発生を抑えた効率的な気化を実現するためには、種々の気化条件に対して気化性能を評価する必要があるが、材料特性などから評価が非常に難しく、確立された評価方法が無いというのが現状であった。

【 0 0 0 4 】

本発明の目的は、液体有機金属や有機金属溶液等を気化する気化器において、液体材料の霧化をより効果的に行わせ、未気化残渣やパーティクルの発生を低減することができる気化器および確実な気化性能評価方法を提供することにある。

【 0 0 0 5 】

【課題を解決するための手段】

発明の実施の形態を示す図 2 および図 5 に対応付けて説明する。

(1) 図 2 に対応付けて説明すると、請求項 1 の発明は、高温に保持された気化チャンバ 2 1 内へ液体有機金属若しくは有機金属溶液から成る液体材料を噴霧し、噴霧された液体材料を気化して CVD 成膜装置に供給する気化器 2 に適用され、気化チャンバ 2 1 内に、気化チャンバ 2 1 の温度とは独立に温度制御可能な気化面 S 1 を備えて上述の目的を達成する。

(2) 図 5 に対応付けて説明すると、請求項 2 の発明は、高温に保持された気化チャンバ 4 3 内へ複数の液体有機金属若しくは有機金属溶液から成る液体材料 4 A ~ 4 C を噴霧し、噴霧された液体材料 4 A ~ 4 C を気化して CVD 成膜装置に供給する気化器 4 0 に適用され、液体材料 4 A ~ 4 C を気化チャンバ内へ噴霧する複数の噴霧部 4 1, 4 2 と、複数の噴霧部 4 1, 4 2 に対向するように各々設けられ、それぞれ独立に温度制御可能な気化面 S 1 1, S 1 2 とを備えて上述の目的を達成する。

(3) 請求項 3 の発明は、請求項 1 または請求項 2 に記載の気化器において、気化チャンバ 4 3 には、水平方向に延在して内壁の一部を気化面 S 1 1, S 1 2 とする円筒空洞 4 5 が形成され、その円筒空洞 4 5 に対して液体材料 4 A ~ 4 C を鉛直下方向に噴霧するようにしたものである。

(4) 請求項 4 の発明は、請求項 1 ~ 請求項 3 のいずれかに記載の気化器において、気化チャンバ 4 3 の内壁および気化面 S 1 1, S 1 2 を、CVD 成膜装置で成膜される膜と同一の膜でコーティングしたものである。

(5) 図 2 に対応付けて説明すると、請求項 5 の発明は、高温に保持された気化チャンバ 2 1 内に液体有機金属若しくは有機金属溶液から成る液体材料を噴霧して気化する気化器 2 の気化性能評価方法であって、所定量の液体材料を気化チャンバ 2 1 内に噴霧して気化させた後に、気化チャンバ 2 1 内の未気化付着物を有機溶剤で除去し、その除去に用いた有機溶剤中の液体材料の含有量を計測し、計測された含有量に基づいて気化性能を評価することにより上述の目的を達成する。

【 0 0 0 6 】

なお、本発明の構成を説明する上記課題を解決するための手段の項では、本発明を分かり易くするために発明の実施の形態の図を用いたが、これにより本発明が発明の実施の形態に限定されるものではない。

【 0 0 0 7 】

【発明の実施の形態】

以下、図 1 ～図 1 1 を参照して本発明の実施の形態を説明する。

－第 1 の実施の形態－

図 1 は気化装置全体の概略構成を示す図である。1 は気化器 2 に液体有機金属や有機金属溶液等（以下では、これらを液体材料と呼ぶ）を供給する液体材料供給装置であり、供給された液体材料は気化器 2 で気化されて C D V 装置に設けられた C V D リアクタに供給される。例えば、液体有機金属としては C u や T a などの有機金属があり、有機金属溶液としては B a , S r , T i , P b , Z r などの有機金属を有機溶剤に溶かしたものがある。

【 0 0 0 8 】

液体材料供給装置 1 に設けられた材料容器 3 A , 3 B , 3 C には、M O C V D に用いられる液体材料 4 A , 4 B , 4 C が充填されている。例えば、B S T 膜（BaSrTi酸化膜）を成膜する場合には、原料である B a , S r , T i を有機溶剤 T H F（tetrahydrofuran）で溶解したものが液体材料 4 A , 4 B , 4 C として用いられる。また、溶剤容器 3 D には T H F が溶剤 4 D として充填されている。なお、容器 3 A ～ 3 D は原料の数に応じて設けられ、必ずしも 4 個とは限らない。

【 0 0 0 9 】

各容器 3 A ～ 3 D には、チャージガスライン 5 と移送ライン 6 A ～ 6 D とが接続されている。各容器 3 A ～ 3 D 内にチャージガスライン 5 を介してチャージガスが供給されると、各容器 3 A ～ 3 D に充填されている液体材料 4 A ～ 4 C および溶剤 4 D の液面にガス圧が加わり、液体材料 4 A ～ 4 C および溶剤 4 D が各移送ライン 6 A ～ 6 D へとそれぞれ押し出される。移送ライン 6 A ～ 6 D に押し出された各液体材料 4 A ～ 4 C および溶剤 4 D は、ガス圧によってさらに移送ライン 6 E へと移送され、この移送ライン 6 E 内で混合状態となる。

【0010】

移送ライン6Eにはキャリアガスライン7からキャリアガスが供給されるようになり、キャリアガス、液体材料4A～4Cおよび溶剤4Dは気液2相流状態となって気化器2へと供給される。気化器2にはキャリアガスライン7を介してキャリアガスが供給されており、気化された材料はキャリアガスによってCVDリアクタへと送られる。

【0011】

なお、チャージガスおよびキャリアガスには窒素ガスやアルゴンガス等の不活性ガスが用いられる。また、移送ライン6A～6Eにおける液体材料4A～4Cや溶剤4Dの滞留量はできるだけ低減するのが好ましく、本実施の形態では、移送ライン6A～6Cには1/8インチの配管を用いている。

【0012】

各移送ライン6A～6Dには、マスフローメータ8A～8Dおよび遮断機能付き流量制御バルブ9A～9Dが設けられている。マスフローメータ8A～8Dで液体材料4A～4Cおよび溶剤4Dの流量を各々監視しつつ流量制御バルブ9A～9Dを制御して、液体材料4A～4Cおよび溶剤4Dの流量が適切となるようにしている。なお、移送ライン6Eの気化器直前にミキサを設けて、液体材料4A～4Cの混合状態をより向上させるようにしても良い。さらに、各液体材料4A～4Cの流量を制御する流量制御バルブ9A～9Dに代えて、プランジャポンプ等のポンプを用いて流量制御するようにしても良い。

【0013】

図2～図4は気化器2の詳細を示す図であり、図2は気化器2を正面から見た断面図、図3は図2のA-A'断面図、図4は図2のB部の拡大図である。図2に示すように、気化器2は液体材料4A～4Cを霧化する霧化部20と、霧化部20で霧化された液体材料4A～4Cをさらに気化する気化チャンバ21とを備えている。気化チャンバ21のチャンバ本体21aには、水平方向（図示左右方向）に延在する円筒空洞22が形成されている。霧化部20は、円筒空洞22に対して鉛直下方向に霧化ガスを吹き出すように取り付けられている。フランジ21bはチャンバ本体21aに対して着脱可能であって、例えば、チャンバ内をク

リーニングするような場合には、フランジ 2 1 b を外して円筒空洞 2 2 を大気開放して洗浄を行う。

【 0 0 1 4 】

霧化部 2 0 には、移送ライン 6 E から液体材料 4 A ~ 4 C の混合液が供給されるとともに、キャリアガスライン 7 を介してキャリアガスが供給される。図 4 の B 部拡大図に示すように、混合液およびキャリアガスが流れる配管は内側配管 2 3 と外側配管 2 4 とから成る 2 重管構造を有しており、内側配管 2 3 の内部を混合液が気液 2 相流状態で流れ、内側配管 2 3 と外側配管 2 4 との間の環状空間をキャリアガスが流れる。気化部 2 0 の先端部分にはオリフィス部材 2 5 が設けられており、キャリアガスは内側配管 2 3 とオリフィス部材 2 5 との隙間をチャンバ内空間に噴出する。その結果、液体材料 4 A ~ 4 C の混合液は内側配管 2 3 の先端から霧状となって噴出する。

【 0 0 1 5 】

図 2 に示すように、霧化部 2 0 のケーシング 2 7 の下部はチャンバ本体 2 1 a に固定されており、チャンバ本体 2 1 a からの熱流入により高温となっている。一方、ケーシング 2 7 の上部端部には水冷ジャケット 2 8 が設けられており、この冷却ジャケット 2 8 から下方に延びる冷却ロッド内に上記 2 重管が配設されている。上述したオリフィス部材 2 5 は熱伝導率の低い樹脂等で形成され、図 4 のように外側配管 2 4 の先端部分とケーシング先端部との間に挟持されて、両者の間の断熱部材としても機能している。

【 0 0 1 6 】

図 2 の霧化部 2 0 により霧化された液体材料 4 A ~ 4 C は、円筒空洞 2 2 の霧化部先端部と対向する面に向けて噴出され、図 3 に示すように円筒空洞 2 2 の内周面に沿って矢印 R 1 のように流れる。気化チャンバ 2 1 にはヒータ h 1 ~ h 9 が設けられていて、気化温度以上となるように温度制御されている。そのため、霧状の液体材料 4 A ~ 4 C は、内周面に沿って流れる間に気化され、キャリアガスと共に排出口 2 9 から排出されて CVD リアクタへと送られる。

【 0 0 1 7 】

気化チャンバ本体 2 1 a およびフランジ 2 1 b に設けられたヒータ h 1 ~ h 9

が設けられており、その内のヒータ $h1 \sim h3$ は温度センサ 30 で検出された温度に基づいて温度調節装置 32 により制御される。一方、ヒータ $h4 \sim h9$ は温度センサ 31 で検出された温度に基づいて温度調節装置 33 により制御される。円筒空洞 22 の内周面は全面が気化面として機能するが、図 2, 3 に示すように、液体材料 4A ~ 4C は霧化部 20 からほぼ鉛直下方向に噴出されるため、図 3 の面 S1 が主な気化面となる。そのため、気化チャンバを均一に加熱した場合でも、気化量（液体材料 4A ~ 4C の流量）が多いと、気化面 S1 の温度が気化熱により低下して気化面 S1 に未気化成分が残渣として生じやすくなる。

【0018】

そこで、本実施の形態では、図 2, 3 に示すように面 S1 の近傍に設けられたヒータ $h1 \sim h3$ とその他のヒータ $h4 \sim h9$ とをそれぞれ別個の温度調節装置 32, 33 で制御し、気化の最中にも気化面 S1 の温度が最適温度となるように制御するようにした。すなわち、液体材料 4A ~ 4C およびその流量に応じてヒータ $h1 \sim h3$ で発生する熱エネルギーを調節し、気化面 S1 の温度を最適温度にする。例えば、熱エネルギーを増やして、気化面 S1 の温度を気化チャンバ 21 の温度より高めに設定すると、液体材料 4A ~ 4C の熱分解温度が気化温度に近い場合に有効である。その結果、気化面 S1 における未気化成分の発生を低減することができる。

【0019】

ところで、気化チャンバ 21 は SUS 材で形成されるのが一般的であるが、気化面として機能する円筒空洞 22 の壁面が液体材料 4A ~ 4C と化学反応するという問題があった。本実施の形態では、このような壁面と液体材料 4A ~ 4C との反応を防止するために、CVD により成膜される膜を壁面にコーティングするようにした。例えば、BST 膜 (BaSrTi 酸化膜) を成膜する CVD 装置に使用する気化器であれば、BST 膜を壁面にコーティングする。その結果、円筒空洞の SUS 壁面はコーティングされた膜により保護され、気化された金属材料との反応を防止することができる。このような膜としては、BST 膜の他に、PZT 膜 (PbZrTi 膜)、STO 膜 ($SrTiO_2$)、 TiO_2 膜、SBT 膜 (SrBiTa 酸化膜) 等の誘電体膜や、超伝導膜等の酸化物などがある。

【 0 0 2 0 】

－ 第 2 の実施の形態 －

図 5 は本発明の第 2 の実施の形態を示す図であり、気化器を模式的に示した図である。上述した第 1 の実施の形態の気化器では、CVD 装置で成膜される膜に応じて、数種類の液体材料 4 A ～ 4 C を混合し、その混合液を気化チャンバ内に噴霧して気化するようにしている。しかしながら、液体材料 4 A ～ 4 C の熱分解温度および気化温度が極端に異なるような場合には、第 1 の実施の形態のように、液体材料 4 A ～ 4 C の混合液を同一の気化面 S 1 で気化しようとするとう不都合が生じる場合があった。

【 0 0 2 1 】

例えば、図 6 に示すように、液体材料 4 A, 4 B がほぼ同一の熱分解温度および気化温度を有していて、液体材料 4 C の熱分解温度および気化温度がそれらと大きく異なる場合を考える。ここで、気化温度とは気化可能な最低温度で、熱分解温度とは材料の熱分解が生じる最低温度とする。そのため、気化面の温度は気化温度と熱分解温度との間に設定する必要がある。液体材料 4 A ～ 4 C の熱分解温度 T_{da} , T_{db} , T_{dc} および気化温度 T_{va} , T_{vb} , T_{vc} が図 6 に示すような場合、気化面 S 1 (図 3 参照) の温度 T_1 は図 6 に示すような温度に設定される。

【 0 0 2 2 】

しかし、液体材料 4 C については気化が可能なぎりぎりの温度で気化が行われ、液体材料 4 A, 4 B については熱分解が生じるぎりぎりの温度で気化が行われることになる。そのため、気化面 S 1 の温度制御が厳しいものとなり、僅かな温度変化でも気化条件が変化してしまうという問題があった。

【 0 0 2 3 】

そこで、本実施の形態の気化器 4 0 では、液体材料 4 A, 4 B と液体材料 4 C とを、それぞれ独立に温度制御可能な二つの気化面 S 1 1, S 1 2 で気化するようにした。図 5 において、気化器 4 0 の気化チャンバ 4 3 には二つの霧化部 4 1, 4 2 が設けられており、液体材料 4 C は霧化部 4 1 により霧化され、液体材料 4 A, 4 B は混合液とされた後に霧化部 4 2 により霧化される。霧化部 4 1 により霧化された液体材料 4 C は、円筒空洞 4 5 の気化面 S 1 1 に向けて鉛直下方向

に噴出され、主に気化面 S 1 1 で気化される。一方、霧化部 4 2 により霧化された液体材料 4 A、4 B の混合液は、気化面 S 1 2 に向けて鉛直下方向に噴出され、主に気化面 S 1 2 で気化される。

【0024】

気化チャンバ 4 3 にはチャンバ加熱用のヒータ h 1 1 ~ h 1 7 が設けられており、チャンバ全体の温度制御は、温度センサ 4 4 の検出温度に基づいて温度調節装置 4 6 でヒータ h 1 5 ~ h 1 7 の発熱量を制御することにより行われる。一方、気化面 S 1 1 の温度制御は、温度センサ 4 7 の検出温度に基づいて温度調節装置 4 8 でヒータ h 1 1、h 1 2 の発熱量を制御することにより行われる。さらに、気化面 S 1 2 の温度制御は、温度センサ 4 9 の検出温度に基づいて温度調節装置 5 0 でヒータ h 1 3、h 1 4 の発熱量を制御することにより行われる。

【0025】

例えば、液体材料 4 A ~ 4 C の物性が図 6 に示すような場合、気化面 S 1 1 および S 1 2 はそれぞれ異なる温度 T 1 1 および T 1 2 に制御される。そのため、液体材料 4 A ~ 4 C のいずれに対しても最適な気化温度で気化を行うことができる。さらに、霧化部を 2 つ備えているため、図 2 に示すような霧化部が一つの気化器に比べて単位時間当たりの気化量の増大を図ることができる。

【0026】

ところで、従来の気化器の場合も、別個に気化器を 2 台用意して、一方で液体材料 4 A、4 B を気化し、他方で液体材料 4 C を気化するようにすれば、それぞれの液体材料 4 A ~ 4 C に対して最適気化温度とすることができるが、装置が大型化すると共に大幅なコストアップとなる。一方、本実施の形態の気化器によれば、気化器の大型化およびコストアップを著しく抑えることができる。

【0027】

なお、上述の実施の形態では、液体材料 4 A、4 B については物性が似ているので混合して一つの噴霧部 4 1 により噴霧するようにしたが、各液体材料 4 A ~ 4 C の物性値が互いに異なる場合には、各液体材料 4 A ~ 4 C に対して各々噴霧部を設けるようにしても良い。

【0028】

－第 3 の実施の形態－

図 7，8 は本発明の第 3 の実施の形態を示す図であり、図 7 は気化器を正面から見た断面図、図 8 は図 7 の C－C' 断面図である。なお、図 7，8 において、図 2，3 と同一の部分には同一の符号を付し、以下では異なる部分を中心に説明する。フランジ 6 1 の内側（円筒空洞 2 2 側）には、霧化部 2 0 に対向する位置に水平に延在するタンク 6 2 が設けられており、そのタンク 6 2 には加熱用ヒータ h 2 1，h 2 2 および温度センサ 6 3 が設けられている。

【0029】

タンク 6 2 に向けて噴出された液体材料 6 4 は、タンク 6 2 の気化面 S 2 0 により気化される。タンク 6 2 に設けられたヒータ h 2 1，h 2 2 および温度センサ 6 3 は温度調節装置 6 5 に接続されており、チャンバ本体 2 1 a よりやや高めの温度に制御されている。一方、ヒータ h 1 ～h 9 の発熱量は、チャンバ本体 2 1 a に設けられた温度センサ 3 1 の検出温度に基づいて温度調節装置 6 6 により制御される。

【0030】

本実施の形態の気化器の場合も、第 1 の実施の形態と同様に気化面 S 2 0 をチャンバ本体 2 1 a の温度とは別に調節できるように構成しているので、第 1 の実施の形態と同様の効果を得ることができる。さらに、本実施の形態では、第 1 の実施の形態のように気化チャンバ 2 1 の一部を独立に温度制御するのとは異なり、別個に設けられたタンク 6 2 の温度を独立に制御するようにしているので温度制御性が向上する。

【0031】

また、気化による未気化成分の付着は主にタンク 6 2 の上面で起こるので、気化チャンバ 6 0 のクリーニングを行う際には、フランジ 2 1 を外してタンク 6 2 を個別に洗浄することができる。そのため、クリーニング作業が簡単になると同時に、確実なクリーニングを行うことができる。

【0032】

（変形例）

図 9 に示す気化器 7 0 は、図 7，8 に示した気化器の変形例であり、図 5 の気

化器と同様に二つの霧化部 4 1, 4 2 を備えたものである。気化チャンバ 7 3 のチャンバ本体 7 4 には図示左右方向に延在する円筒空洞 7 7 が形成され、そのチャンバ本体 7 4 の両端に着脱可能に固定される各フランジ 7 5, 7 6 には、タング 7 1, 7 2 が形成されている。気化チャンバ 7 3 の温度は、ヒータ h 3 1 ~ h 3 6, 温度センサ 7 7 および温度調節装置 7 8 により所定の温度に保持される。

【 0 0 3 3 】

フランジ 7 5 のタング 7 1 は霧化部 4 1 と対向する位置となるように形成されており、その対向面 S 3 1 は液体材料 4 C の気化面として機能する。タング 7 1 にはヒータ h 3 7 および温度センサ 7 9 が設けられており、タング 7 1 の温度が第 2 の実施の形態で述べた温度 T 1 1 とるように温度調節装置 8 0 により温度制御される。一方、フランジ 7 6 のタング 7 2 は霧化部 4 2 と対向する位置となるように形成されており、その対向面 S 3 2 は液体材料 4 C の気化面として機能する。タング 7 2 にもヒータ h 3 8 および温度センサ 8 1 が設けられており、温度調節装置 8 2 によってタング 7 2 の温度が T 1 2 となるように制御される。

【 0 0 3 4 】

図 9 に示した気化器 7 0 も図 5 に示した気化器 4 0 と同様に、液体材料 4 A ~ 4 C の物性に応じて温度の異なる気化面 S 3 1, S 3 2 を設けて、それぞれ独立に温度制御を行っているので、気化器 4 0 の場合と同様の効果を得ることができる。さらに、気化器 7 0 では、タング 7 1, 7 2 を設けてその上面に気化面 S 3 1, 3 2 を形成しているので、気化器 4 0 に比べて気化面 S 3 1, S 3 2 の温度制御性に優れている。

【 0 0 3 5 】

— 第 4 の実施の形態 —

次に、気化器の気化性能評価方法について説明する。気化器の気化性能は、気化器に供給された液体材料の内の何パーセントが気化されたかによって評価されるが、これは供給量と気化器内の未気化成分の量との差によって求めることができる。図 1 0 は、性能評価の計量の手順を示したものであり、以下では材料として B a, S r および T i を用いる場合について説明する。

【 0 0 3 6 】

図10のステップS1では、所定量の液体材料を気化器で気化させる。次いで、ステップS2のサンプリング工程では、気化面を含めた気化チャンバの全内壁面に付着している未気化成分をエチルアルコール等で除去する。例えば、重さ0.1～0.3g程度の布にエチルアルコールを含ませ、その布で壁面に付着した未気化成分を拭き取る。ステップS3の有機物分解A工程では、拭き取り後の布を塩酸2ml、過酸化水素0.5mlおよび純水1mlの混合液に浸して、温度150℃で1.5時間加熱し、布に付着している有機物を分解する。ステップS4の有機物分解B工程では、ステップS3の溶液にさらに塩酸1ml、過酸化水素0.5mlおよび純水1mlを加えて、温度150℃で1.5時間加熱する。

【0037】

ステップS5の煮沸・濃縮工程では、さらに純水1mlを加えて150℃で0.5時間加熱する。ステップS6のろ過・定容工程では、ステップS5の溶液をろ過した後、塩酸1mlを添加し、さらに20～100mlに容積をそろえる。ステップS7では、ICP(誘導結合プラズマ)を用いた分析装置により各元素Ba, Sr, Tiの定量分析を行い、未気化成分量を算出する。定量分析をする際には、図11に示すような試料をICP分析したものを検量線として使用し、検量線との比較から未気化成分量を算出する。ステップS8では、気化に使用した液体材料の量と、ステップS7で算出された未気化成分量とから気化率を算出する。このように、本実施の形態の評価方法では、気化器内壁面に付着している未気化成分を実際に定量分析しているため、気化器の気化性能を正確に評価することが可能となる。

【0038】

【発明の効果】

以上説明したように、請求項1～4の発明によれば、気化面は気化チャンバの温度とは独立に温度制御可能なため、液体材料の気化量の変化に関わらず気化面を最適温度に保つことができる。その結果、気化チャンバ内の未気化残渣を低減させることができる。さらに、複数の噴霧部により液体材料を霧化するので、気化量の増加を図ることができる。

特に、請求項2の発明によれば、複数の噴霧部と温度制御可能な気化面を備え

ているので、気化特性に応じて液体材料を分類し、類似の気化特性を有する液体材料を同一の噴霧部により噴霧して、その気化特性に応じた温度に制御された気化面により気化することができる。その結果、各液体材料に適した温度で気化することができ、残渣の発生の少ない気化器を提供することができる。

請求項 3 の発明によれば、液体材料を鉛直下方向に噴霧しているので、噴霧部付近の気化チャンバ内壁に液体状の液体材料が付着することが無く、残渣の低減を図ることができる。また、円筒側面の噴霧部対向部分から側面にそって上方に霧状液体材料が流れるため、効率よく気化することができる。

請求項 4 の発明によれば、気化チャンバ内壁面と液体材料との化学反応を防止することができる。

請求項 5 の発明によれば、気化器の気化性能を確実に評価することができる。

【図面の簡単な説明】

【図 1】

本発明による第 1 の実施の形態を説明する図であり、気化装置全体の概略構成を示す図である。

【図 2】

気化器 2 を詳細に示す図であり、正面から見た断面図である。

【図 3】

図 2 の A - A' 断面図である。

【図 4】

図 2 の B 部拡大図である。

【図 5】

本発明による第 2 の実施の形態を示す図であり、気化器を模式的に示した図である。

【図 6】

気化面 S 1 の温度 T 1 を説明する図。

【図 7】

本発明による第 3 の実施の形態を示す図であり、気化器の正面を示す断面図である。

【図 8】

図 7 の C - C ' 断面図である。

【図 9】

図 7 , 8 に示した気化器の変形例を示す図である。

【図 1 0】

本発明による第 4 の実施の形態を説明する図であり、気化評価手順を示す図である。

【図 1 1】

検量線として用いる試料の内容を示す図である。

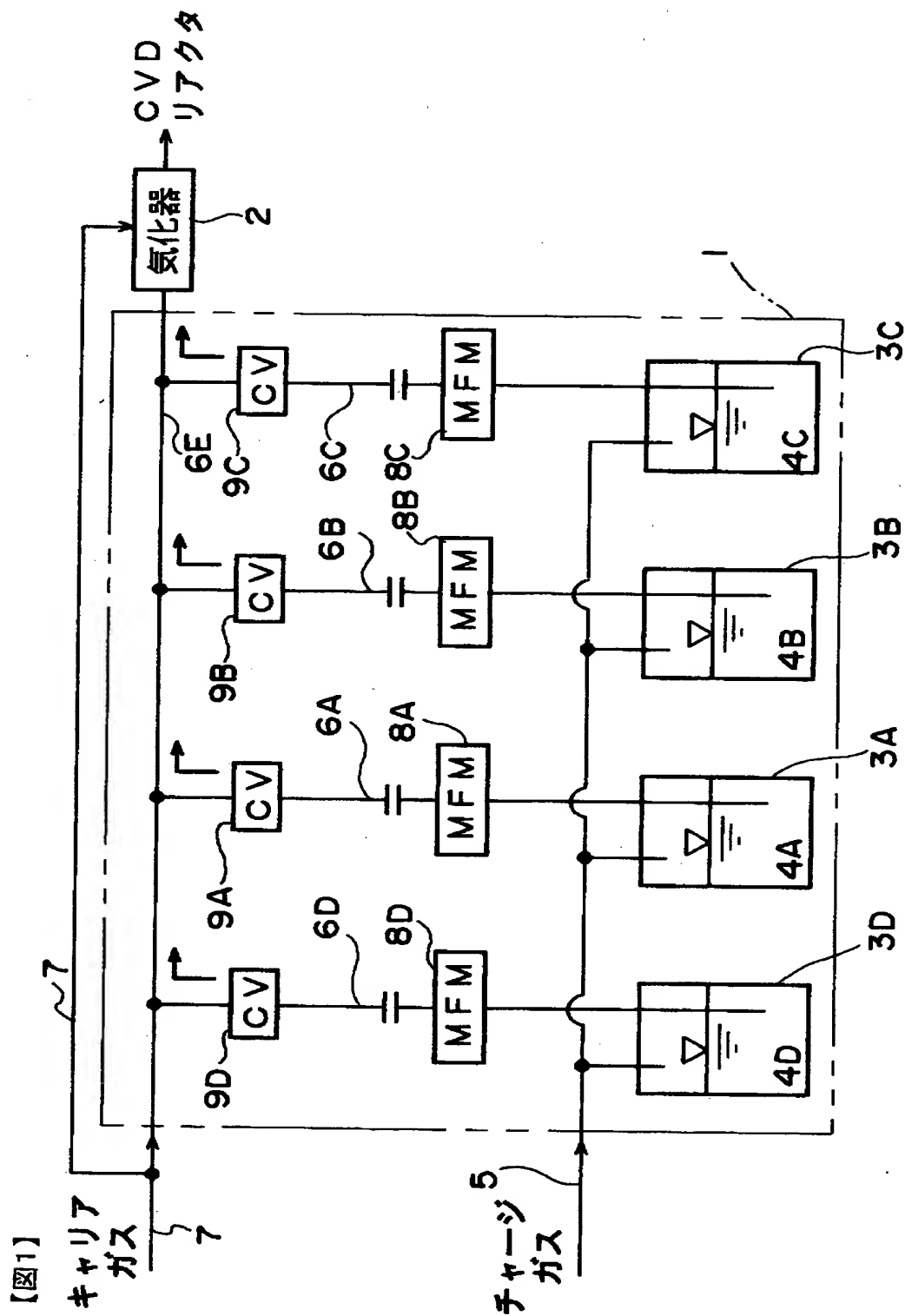
【符号の説明】

- 1 液体材料供給装置
- 2, 4 0, 7 0 気化器
- 2 0, 4 1, 4 2 霧化部
- 2 1, 4 3, 6 0, 7 3 気化チャンバ
- 2 1 a, 6 0, 7 4 チャンバ本体
- 2 1 b, 6 1, 7 5, 7 6 フランジ
- 2 2, 4 5, 7 7 円筒空洞
- 3 0, 3 1, 4 4, 4 7, 4 9, 6 3, 7 9, 8 1 温度センサ
- 3 2, 3 3, 4 6, 4 8, 5 0, 6 5, 6 6, 7 8, 8 0, 8 2 温度調節装置
- 6 2, 7 1, 7 2 タング
- h 1 ~ h 1, h 1 1 ~ h 1 7, h 2 1, h 2 2, h 3 1 ~ h 3 8 ヒータ
- S 1, S 1 1, S 1 2, S 2 0, S 3 1, S 3 2 気化面

【書類名】

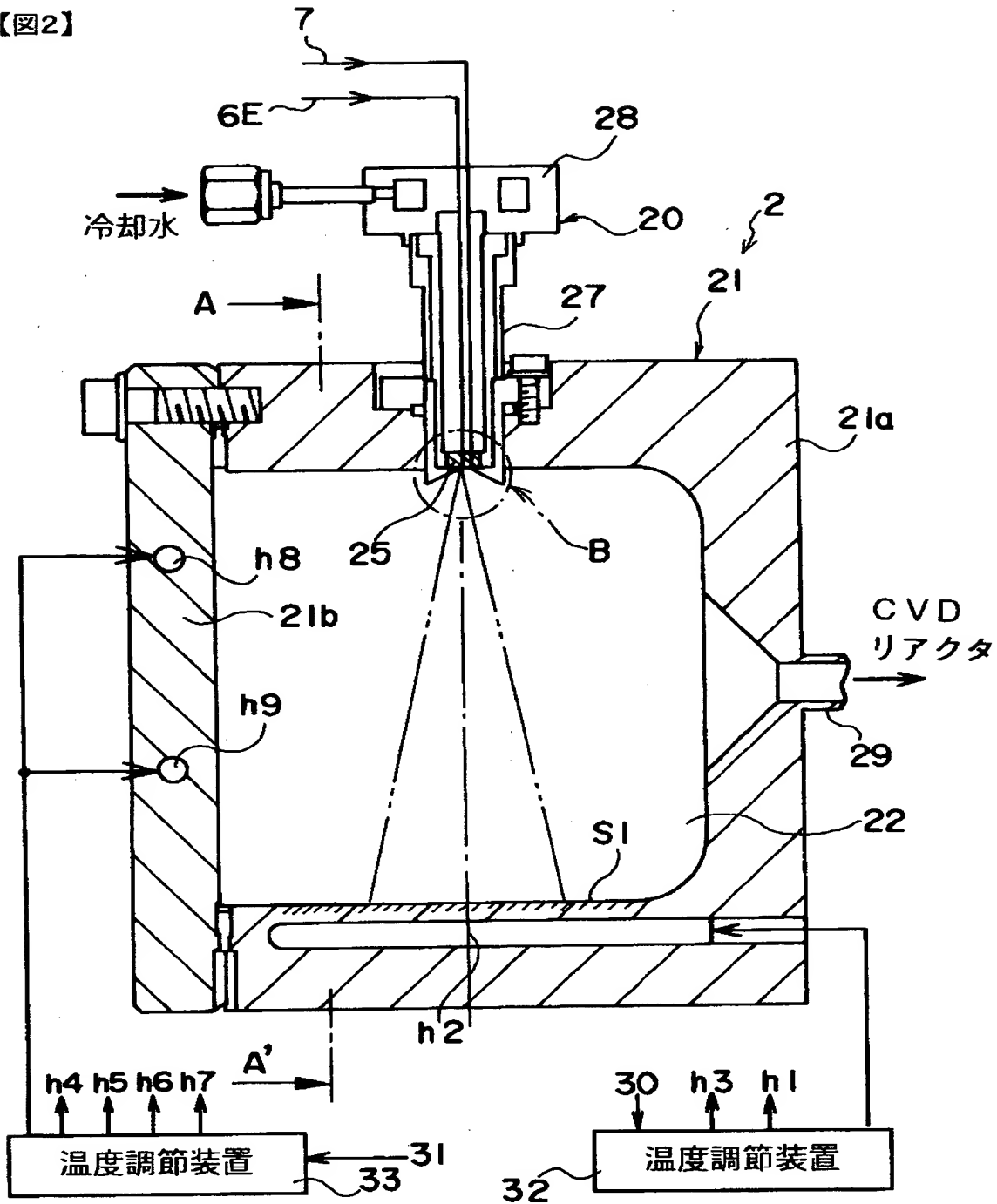
図面

【図 1】



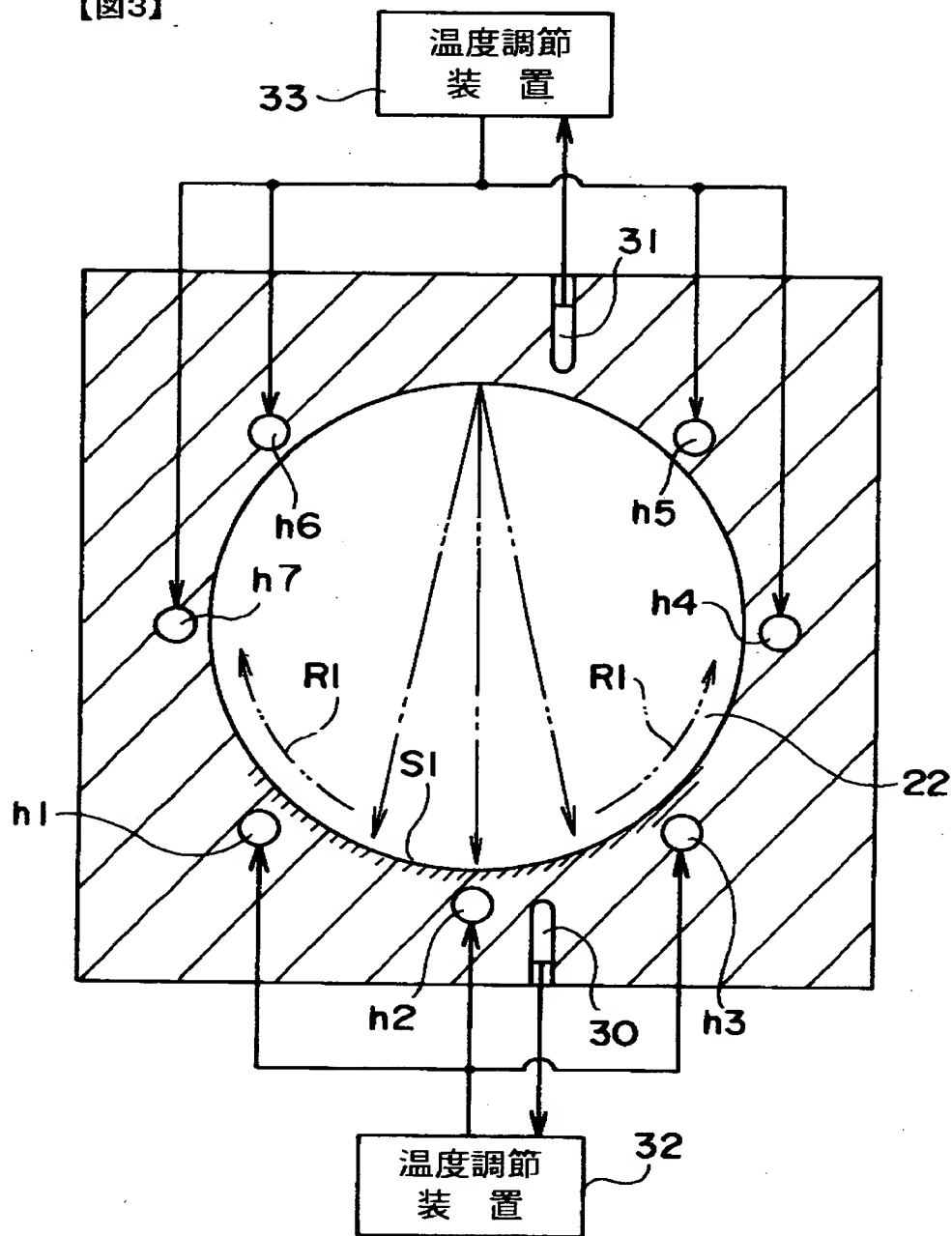
【図2】

【図2】



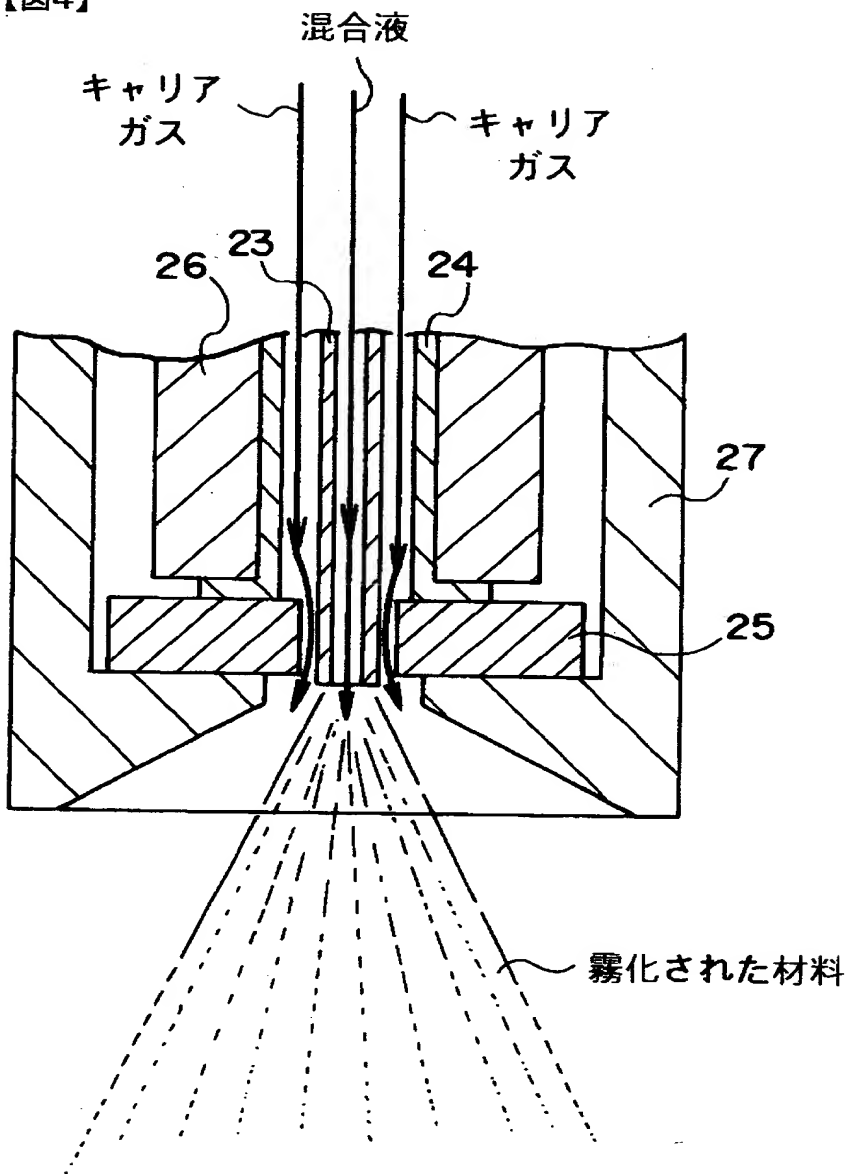
【図3】

【図3】

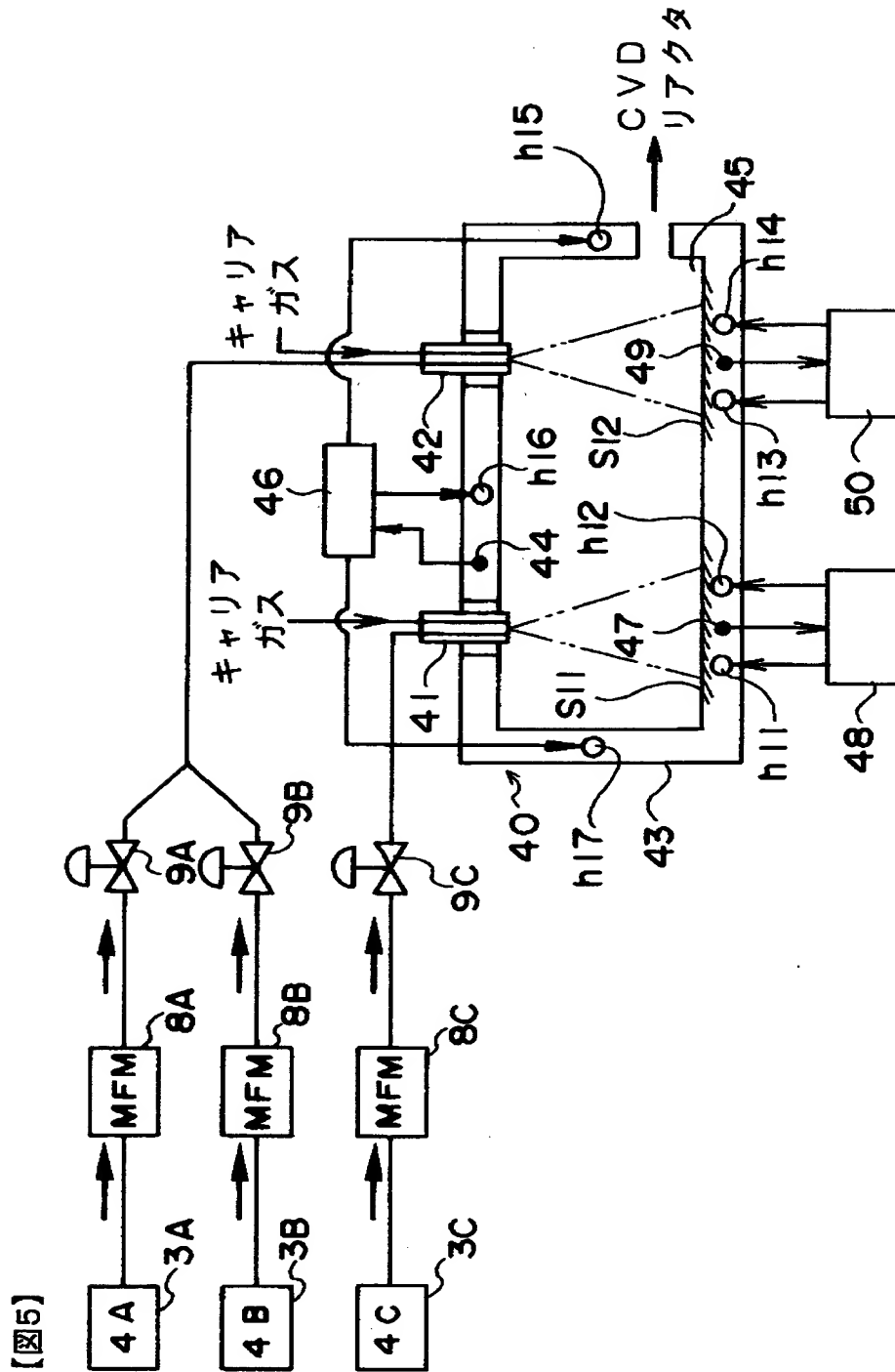


【図4】

【図4】

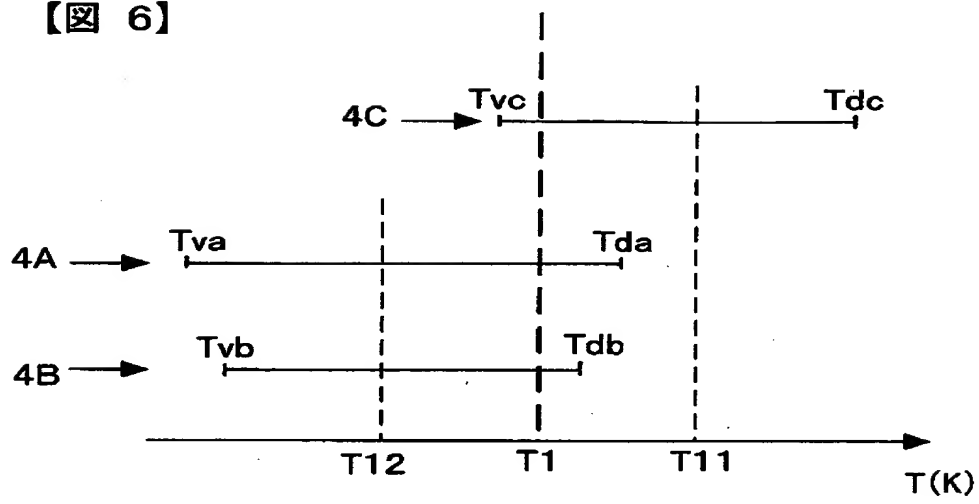


【図5】



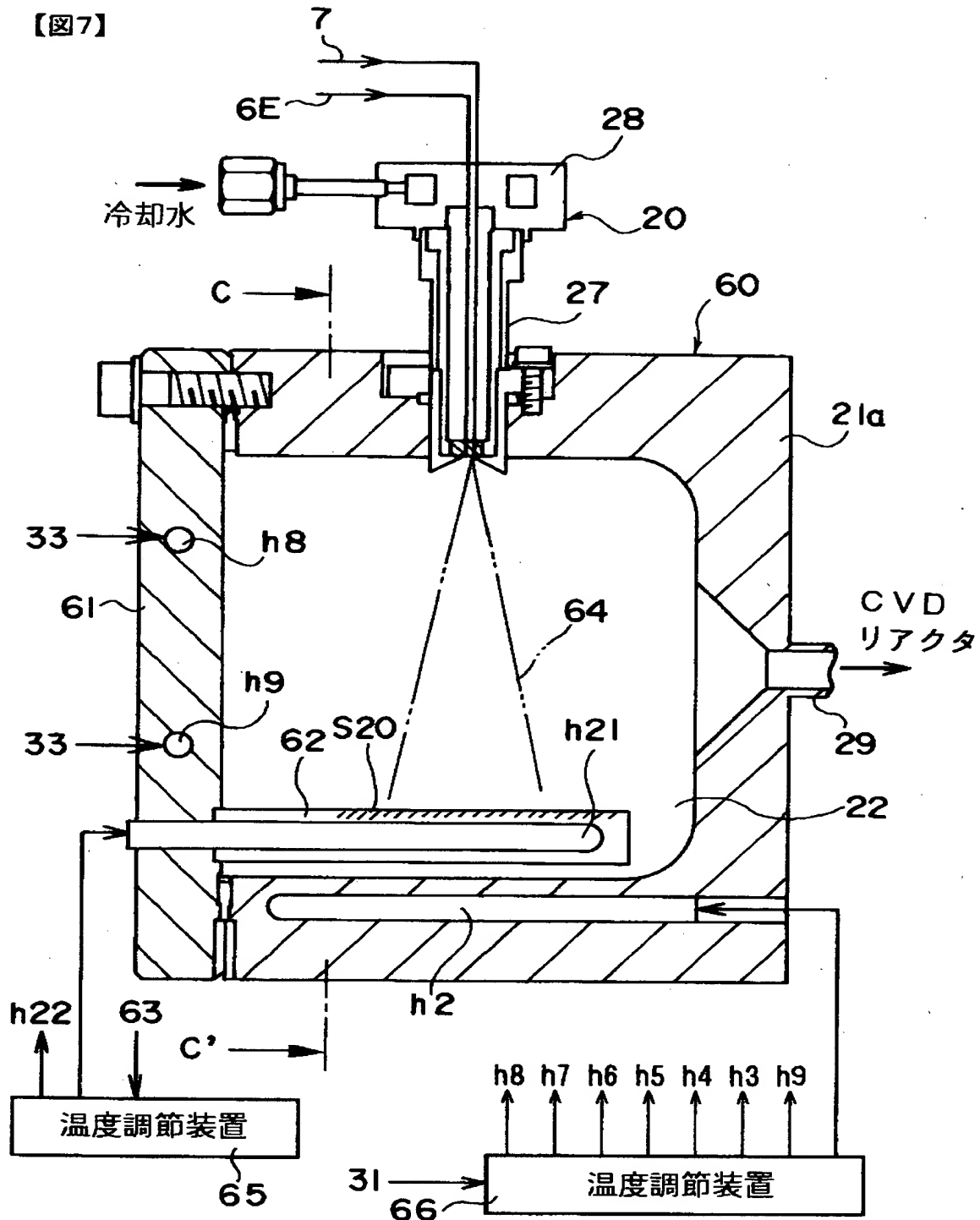
【図 6】

【図 6】



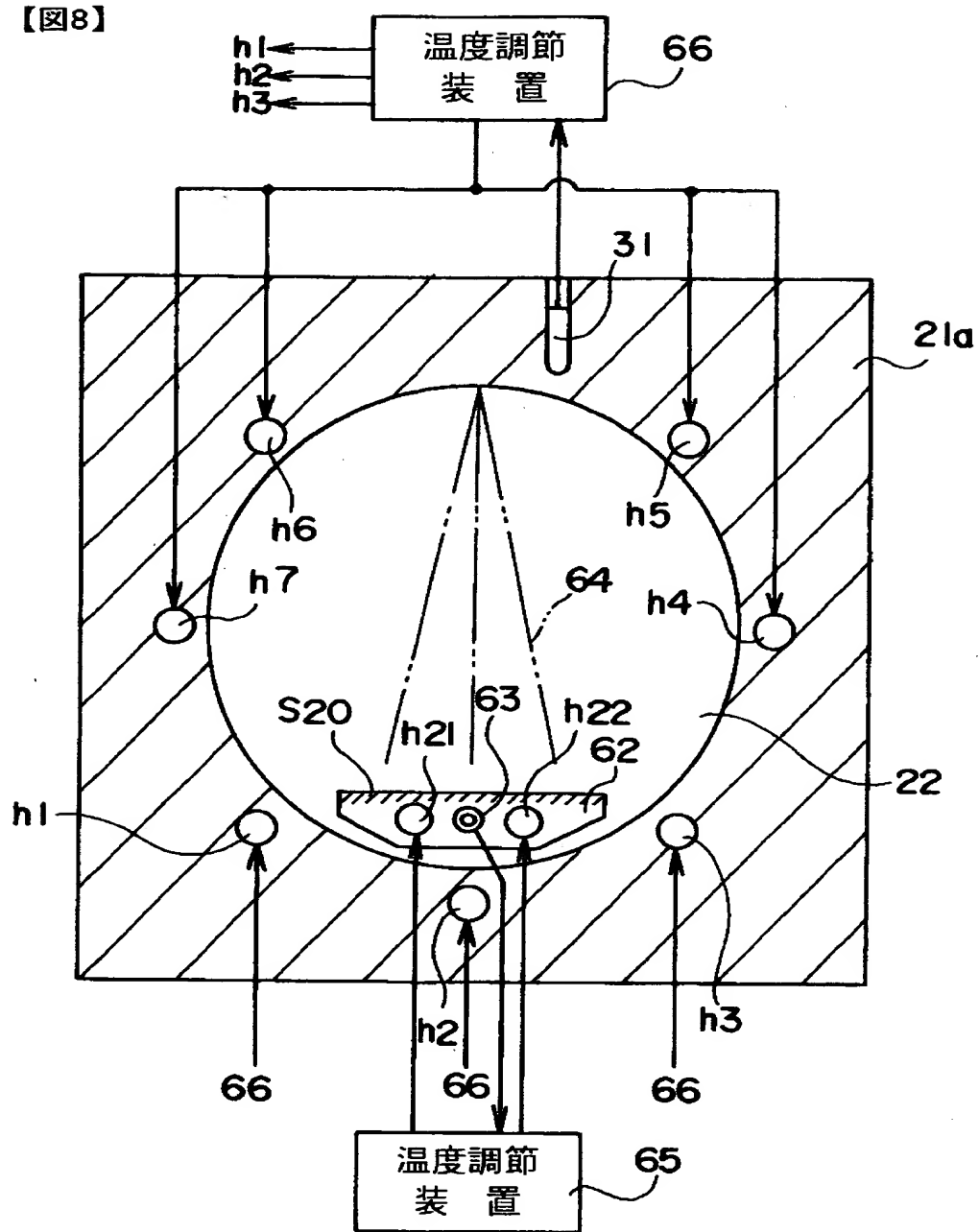
【図7】

【図7】

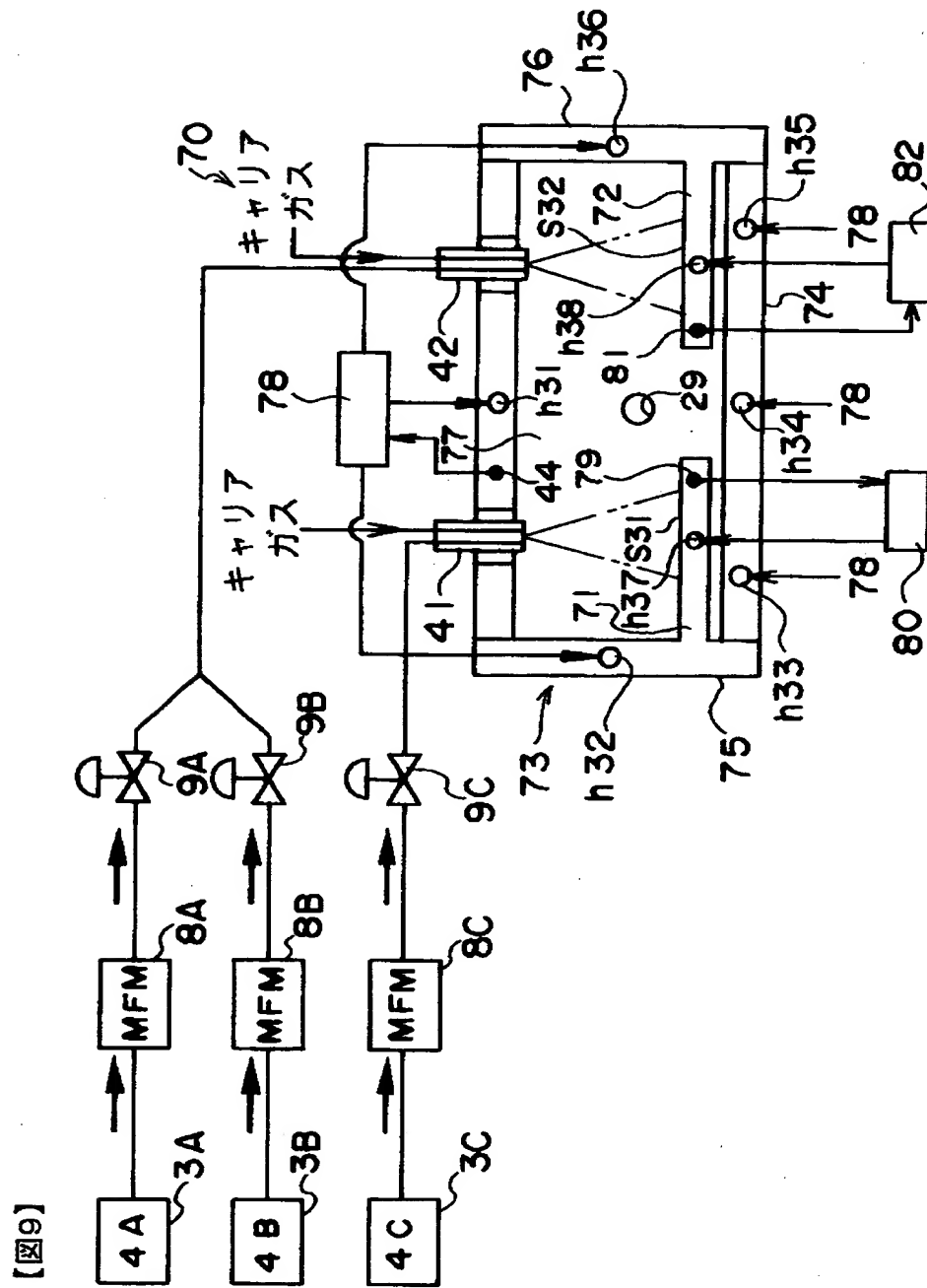


【図8】

【図8】

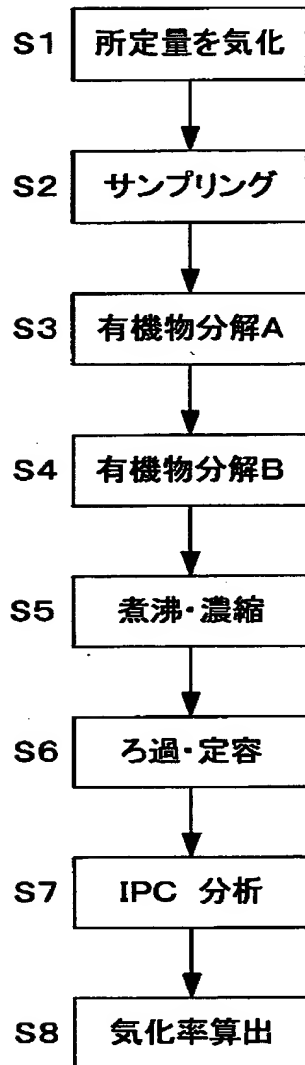


【図9】



【図 1 0】

【図 10】



【図 1 1】

【図 11】

Ba, Sr, Ti 等濃度	0ppm	10ppm	50ppm
内標準元素	10ppm	10ppm	10ppm
塩酸	1%	1%	1%

【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 未気化残渣やパーティクルの発生を低減することができる気化器を提供。

【解決手段】 気化チャンバ43に2つの噴霧部41, 42を設け、類似の気化特性を有する液体材料4A, 4Bは混合状態にして同一の噴霧部41から噴霧して気化面S12により気化する。一方、気化特性の異なる液体材料4Cは、別の噴霧部42より噴霧して気化面S11により気化する。気化面S11, S12の温度はそれぞれ温度調節装置48, 50により独立に制御され、それぞれ液体材料4Cおよび液体材料4A, 4Bに適した温度に制御されている。その結果、液体材料4A～4Cの一部が未気化となったり加熱分化したりすることが低減され、残渣発生の低減を図ることができる。

【選択図】 図5

特 2 0 0 0 - 2 9 2 7 5 9

認 定 ・ 付 加 情 報

特許出願の番号	特願 2 0 0 0 - 2 9 2 7 5 9
受付番号	5 0 0 0 1 2 4 1 6 9 9
書類名	特許願
担当官	第五担当上席 0 0 9 4
作成日	平成 1 2 年 9 月 2 7 日

< 認定情報・付加情報 >

【提出日】 平成12年 9月26日

次頁無

【書類名】 手続補正書

【あて先】 特許庁長官 殿

【事件の表示】

【出願番号】 特願2000-292759

【補正をする者】

【識別番号】 000006013

【氏名又は名称】 三菱電機株式会社

【代理人】

【識別番号】 100084412

【弁理士】

【氏名又は名称】 永井 冬紀

【手続補正 1】

【補正対象書類名】 特許願

【補正対象項目名】 提出物件の目録

【補正方法】 追加

【補正の内容】

【提出物件の目録】

【物件名】 代理権を証明する書面 1

【援用の表示】 特願 2 0 0 0 - 2 9 2 7 5 7

【ブルーフの要否】 要

認定・付加情報

特許出願の番号	特願2000-292759
受付番号	50001307151
書類名	手続補正書
担当官	松野 邦昭 2209
作成日	平成12年12月 8日

<認定情報・付加情報>

【提出日】	平成12年10月10日
【補正をする者】	
【識別番号】	000006013
【住所又は居所】	東京都千代田区丸の内二丁目2番3号
【氏名又は名称】	三菱電機株式会社
【代理人】	申請人
【識別番号】	100084412
【住所又は居所】	東京都千代田区霞が関3丁目3番1号 尚友会館 後藤・永井特許事務所
【氏名又は名称】	永井 冬紀

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号 [000001993]

1. 変更年月日 1990年 8月27日

[変更理由] 新規登録

住 所 京都府京都市中京区西ノ京桑原町1番地

氏 名 株式会社島津製作所

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号 [000006013]

1. 変更年月日 1990年 8月24日

[変更理由] 新規登録

住 所 東京都千代田区丸の内2丁目2番3号
氏 名 三菱電機株式会社